

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-223735

(43)Date of publication of application : 17.08.1999

---

(51)Int.Cl. G02B 6/12  
G02B 5/18  
G02B 6/13

---

(21)Application number : 10-024151 (71)Applicant : NIPPON TELEGR & TELEPH CORP  
<NTT>

(22)Date of filing : 05.02.1998 (72)Inventor : KOBAYASHI JUNYA  
TAMAMURA TOSHIAKI  
ISHII TETSUYOSHI  
MARUNO TORU

---

## (54) TUNABLE POLYMER WAVEGUIDE DIFFRACTION GRATING AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a tunable polymer waveguide diffraction grating having a large thermo-optical const. and excellent heat resistance, transmittance of light in the optical communication wavelength range, and formability by forming either or both of the core and the clad of a waveguide diffraction grating from a polymer material.

SOLUTION: The clad and the core material consists of a polymer material which is transparent in a near infrared region as an optical communication wavelength range of the waveguide material, especially near 1.3 and 1.55  $\mu$ m wavelengths and which has a large thermo-optical const. and excellent heat resistance. Especially, by using a fluorinated polyimide having high heat resistance as about at  $\geq 300^{\circ}$  C, the most excellent long-term stability can be obtd. As for a fluorinated polyimide having good balance in transmittance and heat resistance, a fluorinated polyimide or its polymer synthesized from 2,2-bis(3,4-dicarboxyphenyl) hexafluoropropane dianhydride (6FAD) and diamine is preferably used.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.01.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 08.07.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**English Translation of JP laid-open 11-223735**

[0022] Fig. 5 is a schematic diagram of tunable polymer waveguide grating with heating electrode by fabricated polyimide fluoride optical waveguide. A heating electrode 51 fabricated on a grating has a periodic structure along an optical waveguide 52, and the entire grating can be heated uniformly by feeding current and heating. By feeding current and heating with this electrode, when the tunable polymer waveguide grating was heated up to 100 °C, the wavelength shift amount was 10 times that of the quartz waveguide grating, and it was found to operate as a tunable wavelength filter capable of varying the wavelength at low power consumption. This tunable polymer waveguide grating was not changed in characteristics by heat treatment at 100 °C, and was excellent in environmental resistance and long-term stability.

51 Heating electrode fabricated on grating

52 Optical waveguide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-223735

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月17日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I		
G 0 2 B	6/12	G 0 2 B	6/12	H
	5/18		5/18	
	6/13		6/12	N
				M

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平10-24151	(71) 出願人	000004226 日本電信電話株式会社 東京都新宿区西新宿三丁目19番2号
(22) 出願日	平成10年(1998) 2月5日	(72) 発明者	小林 潤也 東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本 電信電話株式会社内
		(72) 発明者	玉村 敏昭 東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本 電信電話株式会社内
		(72) 発明者	石井 哲好 東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本 電信電話株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 光石 俊郎 (外2名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 チューナブル高分子導波路回折格子及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 光通信等に用いられるチューナブル高分子導波路回折格子を提供することを課題とする。

【解決手段】 本チューナブル高分子導波路回折格子は、外部熱源を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル導波路回折格子において、前記導波路回折格子のコア及びクラッドのいずれかもしくは両方が高分子材料からなる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 外部熱源を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル導波路回折格子において、前記導波路回折格子のコア及びクラッドのいずれかもしくは両方が高分子材料からなることを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子。

【請求項2】 導波路回折格子上に形成された抵抗体を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル導波路回折格子において、

前記導波路回折格子のコア及びクラッドのいずれかもしくは両方が高分子材料からなることを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子。

【請求項3】 請求項2において、

前記抵抗体の形状が繰り返し光軸を横切る様に屈曲した形状であり、その繰り返し幅および前記抵抗体の各繰り返し部での膜厚のいずれかもしくは両方が光軸方向に徐々にチャープ状に変化していることを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子。

【請求項4】 請求項1～3において、

前記高分子材料が、フッ素化ポリイミドであることを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子。

【請求項5】 請求項1～4において、

前記高分子材料からなる回折格子部分の両面が、いずれの物体にも接触しない自己保持形状に構成されていることを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子。

【請求項6】 外部熱源もしくは導波路回折格子上に形成された抵抗体を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法において、

基板上に前記高分子材料からなる回折格子を形成する工程と、前記基板から前記回折格子を剥離する工程とを有することを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法。

【請求項7】 請求項6において、

前記基板から剥離した回折格子を熱処理する工程を有することを特徴とするチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光通信等に用いられるチューナブル高分子導波路回折格子及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】光通信システムの高度化に向けて、導波路型光デバイスの研究開発が盛んに進められている。なかでも、導波路回折格子は、特定の波長のみの反射あるいは透過が可能な光回路であり、波長多重システムへの応用が期待されている。

【0003】一般的に、光導波路の光デバイス応用には、作製の容易性、導波路材料の屈折率の制御性、耐熱

性等さまざまな条件が要求される。現在、光導波路材料としては石英が最もよく利用されており、その光導波路は波長1.3μmで0.1dB/cm以下の低光損失を示す。しかしながら、製造プロセスが複雑、大面積化が困難などの問題点を有し、経済性、汎用性に優れる導波路回折格子は得にくい。さらに、石英は屈折率の温度依存性を示す熱光学(TO)定数が $1 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$ と小さく、TO効果による波長チューニング領域も1nm程度と狭い。

【0004】一方、高分子光導波路はスピンコート法を用いて形成できるため、石英系光導波路と比較して、作製が容易である。さらに、高分子材料は石英に比べて10倍以上大きなTO定数を持つ場合が多く、理論上回折格子の透過波長のチューニング領域を石英系導波路回折格子の10倍以上大きくできる。しかしながら、これまで、実用に耐えうる耐熱性と光通信波長帯での光透過性に優れた高分子材料によるチューナブル高分子導波路回折格子は存在しなかった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、TO定数が大きく、耐熱性、光通信波長帯での光透過性と加工性に優れたチューナブル高分子導波路回折格子及びその製造方法を提供する事にある。

【0006】

【課題を解決するための手段】これらの観点から検討を進めた結果、本発明者らは、フッ素化ポリイミドが波長1.3μmおよび1.55μmの近赤外域で低損失で、耐熱性に優れる事、屈折率の温度依存性を示す熱光学(TO)定数が $10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 以上と石英より10倍も大きい事、熱光学効果を用いるチューナブル高分子導波路回折格子作製に必要な加工性を有し、外部からの放射光、電子線、紫外線、あるいは近赤外線照射による光誘起効果により屈折率が変化する事、作製した回折格子の反射率が大きな事を見だし本発明を完成するに至った。

【0007】かかる知見に基づく本発明の【請求項1】にかかるチューナブル高分子導波路回折格子は、外部熱源を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル導波路回折格子において、前記導波路回折格子のコア及びクラッドのいずれかもしくは両方が高分子材料からなることを特徴とする。

【0008】本発明の【請求項2】にかかるチューナブル高分子導波路回折格子は、導波路回折格子上に形成された抵抗体を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル導波路回折格子において、前記導波路回折格子のコア及びクラッドのいずれかもしくは両方が高分子材料からなることを特徴とする。

【0009】本発明の【請求項3】にかかるチューナブル高分子導波路回折格子は、請求項2において、前記抵抗体の形状が繰り返し光軸を横切る様に屈曲した形状であり、その繰り返し幅および前記抵抗体の各繰り返し部

での膜厚のいずれかもしくは両方が光軸方向に徐々にチャープ状に変化していることを特徴とする。

【0010】本発明の「請求項4」にかかるチューナブル高分子導波路回折格子は、請求項1～3において、前記高分子材料が、フッ素化ポリイミドであることを特徴とする。

【0011】本発明の「請求項5」にかかるチューナブル高分子導波路回折格子は、請求項1～4において、前記高分子材料からなる回折格子部分の両面が、いずれの物体にも接触しない自己保持形状に構成されていることを特徴とする。

【0012】本発明の「請求項6」にかかるチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法は、外部熱源もしくは導波路回折格子上に形成された抵抗体を用いた加熱手段を備え、熱光学効果を用いるチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法において、基板上に前記高分子材料からなる回折格子を形成する工程と、前記基板から前記回折格子を剥離する工程とを有することを特徴とする。

【0013】本発明の「請求項7」にかかるチューナブル高分子導波路回折格子の製造方法は、請求項6において、前記基板から剥離した回折格子を熱処理する工程を有することを特徴とする。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0015】本発明に適用できるクラッド、コア材料は、1)導波路材料が光通信波長帯である近赤外域、特に波長1.3、1.55 $\mu$ m付近で透明であること、2)クラッド、コア材料の熱光学定数が大きいこと、3)耐熱性に優れていること、を満たした高分子材料であれば何でも良いが、耐熱性が300 $^{\circ}$ C以上と大きなフッ素化ポリイミドを用いた場合、最も優れた長期安定性を有するチューナブル高分子導波路回折格子が得られる。フッ素化ポリイミドは、フッ素化テトラカルボン酸またはその誘導体とジアミンから、テトラカルボン酸またはその誘導体とフッ素化ジアミンから、あるいはフッ素化テトラカルボン酸またはその誘導体とフッ素化ジアミンから製造する事ができる。これらのフッ素化ポリイミドは、単体だけではなく、フッ素化ポリイミド共重合体、およびこれらに必要な応じて添加材等を添加したもののなどを用いることができる。

【0016】特に上記のフッ素化ポリイミドの中で光透過性、耐熱性でバランスの取れたものとして、2,2-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン二無水物(6FDA)とジアミンから合成したフッ素化ポリイミドもしくはその共重合体、及び1,4-ビス(3,4-ジカルボキシトリフルオロフェノキシ)テトラフルオロベンゼン二無水物(10FDA)とジアミンから合成したフッ素化ポリイミドもしくはそ

の共重合体、が望ましい。

【0017】

【実施例】以下、図面を用いて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されない。なお本実施例では、高分子材料にフッ素化ポリイミド、基板にシリコン、金属膜にTiを用いているが、他の材料を用いても良い事はいうまでもない。例えば、基板材料としてはAl、ポリイミド、インジウムリン、ガリウム砒素、窒化ガリウム、硝子、また抵抗体薄膜形成用の材料としては、Ti、Cr、Al、金、銀、銅、白金、酸化スズ、酸化インジウム、酸化インジウムスズ、およびこれらの混合物、及びこれらの薄膜の積層膜を用いることができる。

【0018】(実施例1)2,2-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン二無水物(6FDA)と2,2'-ビス(トリフルオロメチル)-4,4'-ジアミノビフェニル(TFDB)から合成したポリイミド(6FDA/TFDB)と、6FDAと4,4'-オキシジアニリン(4,4'-ODA)から合成したポリイミド(6FDA/4,4'-ODA)の共重合体(共重合比が1:0を含む)によるチューナブル高分子導波路回折格子の作製工程を、図1を用いて具体的に説明する。最初に、(6FDA/TFDB)：

(6FDA/4,4'-ODA)の共重合比が1:0のフッ素化ポリイミド共重合体の前駆体であるフッ素化ポリアミド酸のDMAc15wt%溶液をシリコン基板11上にスピンコートした後、オープン中380 $^{\circ}$ Cで1時間加熱しイミド化を行い下部クラッド層12(屈折率は、波長1.3 $\mu$ mの時 $n_{TE}$ :1.520、 $n_{TM}$ :1.510、1.55 $\mu$ mの時 $n_{TE}$ :1.518、 $n_{TM}$ :1.508)を形成した。次に、下部クラッド層12上へ、(6FDA/TFDB)：(6FDA/4,4'-ODA)の共重合比が4:6のフッ素化ポリイミド共重合体の前駆体であるフッ素化ポリアミド酸のDMAc15wt%溶液を、加熱イミド化後の膜厚が8 $\mu$ mになるようにスピンコートした。その後、オープン中で380 $^{\circ}$ Cで1時間加熱しイミド化を行いコア層13(屈折率は、波長1.3 $\mu$ mの時 $n_{TE}$ :1.538、 $n_{TM}$ :1.531、1.55 $\mu$ mの時 $n_{TE}$ :1.538、 $n_{TM}$ :1.530)を形成した(図1(a))。次に、コア層13上へフォトレジストをスピンコートした後、光導波路のCrマスクパターンをフォトリソグラフ法によってレジストに転写させた(図1(b))。次に、フォトレジストの現像を行う事により、コア層13上へ光導波路のマスクパターン14を形成し、マスクパターン14が形成されたコア層13に対して、RIE法を用いてエッチングを行い光導波路のコアパターン15を形成した(図1(c)、(d))。次に、光導波路のコアパターン15上に、下部クラッド層12と同じフッ素化ポリイミド共重合体の前駆体であるフッ素化ポリアミド酸のD

MAc15wt%溶液をスピンコートした後、オープン中380℃で1時間加熱しイミド化を行い、下部クラッド層12と同じ屈折率を持つ上部クラッド層16を形成した(図1(e))。最後に、回折格子の透過型X線マスク17を通して放射光を照射することにより、屈折率を変化させ、コア中に回折格子18を形成した(図1(f))。このような方法によって、フッ素化ポリイミド光導波路によるチューナブル高分子導波路回折格子が形成された。

【0019】本実施例においては、回折格子作製の光として放射光を用いたが、電子線、紫外線、近赤外線などを用いる事、回折格子作製用マスクとして位相マスク等を用いる事もできる。また、これらのマスクを用いず電子線の走査によって回折格子を作製することもできる。

【0020】作製したチューナブル高分子導波路回折格子21をベルチェ素子を搭載した試料台22に乗せ(図2)、光学特性を測定した。入射光23を光導波路24の入射端面25から入射したところ、入射光23は回折格子26で回折条件を満たす特定の波長のみが反射された。反射光27の室温における波長は1561.1nm(TE偏光)及び1550.9nm(TM偏光)、消光比は23dB、半値幅は0.6nmであり、優れた反射特性が観測された(図3)。次に、全面を均一にベルチェ素子を用いて100℃まで加熱した所、フッ素化ポリイミド共重合体が有する石英の10倍以上の大きな熱光学定数の効果により、10nm以上の波長シフトが観測された。これは、石英製導波路回折格子の10倍の値である。さらに、可変後も挿入損失、半値幅及び100℃加熱時の中心波長のシフト量は変わらず、耐環境性、長期安定性に優れた特性を示した。

【0021】(実施例2)図4は、加熱用電極を有するチューナブル高分子導波路回折格子の作製工程である。図4に示すように、実施例1と同様の方法で作製したチューナブル高分子導波路回折格子41の上に加熱用電極とするTi金属膜43を真空蒸着により形成した(図4(a),(b))。このTi金属膜43へフォトリソをスピンコートした後、電極のマスクパターン44を光導波路42上部の位置にフォトリソグラフ法によって作製した(図4(c))。最後に、フォトリソをマスクとし、Tiのエッチングを行い電極45を形成したのち(図4(d))、マスクパターン44を剥離し、加熱用電極を有するチューナブル高分子導波路回折格子を作製した(図4(e))。

【0022】作製したフッ素化ポリイミド光導波路による加熱用電極付きチューナブル高分子導波路回折格子の模式図を図5に示す。回折格子上に作製した加熱用電極51は、光導波路52に沿って周期的な構造を有しており、通電加熱により回折格子全体を均一に加熱することができる。この電極を用いて通電加熱を行い100℃ま

でチューナブル高分子導波路回折格子を加熱した時、波長シフト量は石英製導波路回折格子の10倍であり、低消費電力で波長可変が可能なチューナブル波長フィルタとして動作することがわかった。また、このチューナブル高分子導波路回折格子は100℃熱処理も特性の変化はなく、耐環境性、長期安定性に優れたものであった。

【0023】本発明においては、電極の形状、周期構造は本実施例に示した構造に限定されず、あらゆる構造を用いることができるというまでもない。また、電極の折り返し部も直角である必要はなく、あらゆる曲率の円弧が利用できる。

【0024】(実施例3)図6の様に回折格子上に作製した加熱用電極61のパターンの周期を光導波路62に沿って変化させた加熱用電極を有するチューナブル高分子導波路回折格子を、実施例2と同様の方法で作製した。回折格子上に作製した加熱用電極61は、電極の周期が光導波路62に沿って変化しているため、通電加熱により回折格子部に温度勾配を形成する事ができる。この電極を用いて通電加熱を行った結果、本チューナブル高分子導波路回折格子はチャープ回折格子として機能し、電極構造に対応した任意の反射波長スペクトルを得ることができた。チャープとは、回折格子からの反射ピークの波長をシフトさせるだけでなく、反射スペクトル形状を任意の形に制御する事を意味する。例えば、ガウス分布のシングルピークをダブルット、トリプレットにする、半値幅やピーク強度を変化させる、あるいはこれら2つの複合等、数限りない応用が考えられ、電極構造の詳細設計により本チューナブル高分子導波路回折格子は、波長可変フィルタ、WDM合分波器、分散補償器、利得補償器等への応用が可能である。

【0025】本発明においては、電極の形状、周期構造は本実施例に示した構造に限定されず、あらゆる構造を用いることができる。電極の折り返し部も直角である必要はなく、あらゆる曲率の円弧が利用できる。また、抵抗値が導波路方向に沿って変化した加熱用電極を形成し(例えば電極の幅、膜厚、あるいは両方を変化させる。)ても同様の効果が得られることは言うまでもない。

【0026】(実施例4)図7にフィルム状チューナブル高分子導波路回折格子の作製工程を示す。実施例1と同様の方法で基板上に作製した図7(a)に示すようなチューナブル高分子導波路回折格子71を、図7(b)に示すように、酸72中に浸透させ基板から剥離することにより、図7(c)に示すような自己保持性とフレキシビリティを有するフィルム状チューナブル高分子導波路回折格子73を作製した。このフィルム状チューナブル高分子導波路回折格子の反射スペクトルを測定した結果、入射光の偏波面による反射ピーク波長の差は小さく、偏波依存性は極めて小さなものであることが明らかになった。この結果は、基板からの剥離とアニールによ

り、フッ素化ポリイミド中の残留応力（基板との熱膨張率差に起因）に起因する基板面と平行な偏光方向の屈折率（ $n_{TE}$ ）と基板面に垂直な偏光方向の屈折率（ $n_{TM}$ ）の差（複屈折）が、小さく、あるいはほとんどゼロになったためである。さらに、消光比、半値幅もまた、剥離前と同様の特性を示していた。

【0027】さらに、剥離したフィルムチューナブル高分子導波路回折格子に対して、オープン中350℃で1時間のアニール処理を行った。本フィルムチューナブル高分子導波路回折格子においては、アニールにより複屈折はさらに低減され、反射ピーク波長の差はさらに小さくなり、偏波依存性は解消された。この偏波無依存化により、チューナブル高分子導波路回折格子の光通信への応用用途は、大きく広がった。

【0028】フィルム状チューナブル高分子導波路回折格子は、基板上のものと同様にベルチエ素子を用いた回折格子全面の外部加熱（100℃）により、反射ピーク波長のシフト量が10nm以上の大きな値を示した。さらに、実施例3に示したような導波路方向に周期を変えた加熱用電極を用いて温度勾配を付け加熱を行う事により、本フィルム状チューナブル高分子導波路回折格子はチャープ回折格子として機能し、任意の反射波長スペクトルを偏波無依存で得ることができた。

【0029】このチューナブル高分子導波路回折格子は、ポリイミドの有するフレキシビリティにより、屈曲性に優れ、回折格子部の曲げによる波長可変、チャーピングが可能であるため、曲がりセンサ等への応用ができる。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、導波路材料として使用したフッ素化ポリイミドの持つ大きなT<sub>O</sub>効果により、波長可変範囲が10nm以上と大きく、さらに温度勾配を付けた加熱によるチャーピングも可能な、チューナブル高分子導波路回折格子を提供できる。また、これらの結果として、低消費電力であり、経済性、汎用性に優れたチューナブル高分子導波路回折格子が製造できるようになった。本チューナブル高分子導波路回折格子は、波長可変フィルタ、WDM合分波器、分散補償器、利得補償器等へ応用できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】フッ素化ポリイミドによるチューナブル高分子\*

\* 導波路回折格子の作製工程図である。

【図2】ベルチエ素子を搭載した試料台上に設置したチューナブル高分子導波路回折格子図である。

【図3】フッ素化ポリイミドによるチューナブル高分子導波路回折格子の反射スペクトル図である。

【図4】フッ素化ポリイミドによる加熱用電極付きチューナブル高分子導波路回折格子の作製工程図である。

【図5】加熱用電極付きチューナブル高分子導波路回折格子の模式図である。

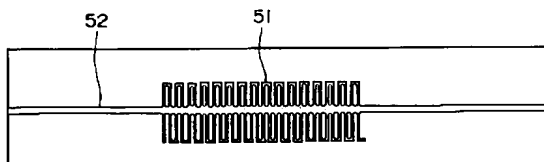
【図6】加熱用電極付きチューナブル高分子導波路回折格子の模式図である。

【図7】フッ素化ポリイミドによるフィルム状チューナブル高分子導波路回折格子の作製工程図である。

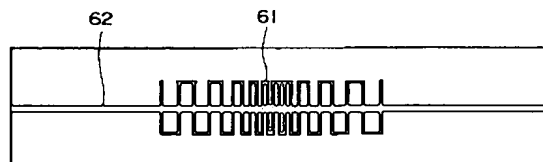
【符号の説明】

- 11 基板
- 12 下部クラッド層
- 13 コア層
- 14 マスクパターン
- 15 コアパターン
- 16 上部クラッド層
- 17 透過型X線マスク
- 18 回折格子
- 21 チューナブル高分子導波路回折格子
- 22 ベルチエ素子を搭載した試料台
- 23 入射光
- 24 光導波路
- 25 入射端面
- 26 回折格子
- 27 反射光
- 30 41 チューナブル高分子導波路回折格子
- 42 光導波路
- 43 Ti金属膜
- 44 マスクパターン
- 45 電極
- 51 回折格子上に作製した加熱用電極
- 52 光導波路
- 61 回折格子上に作製した加熱用電極
- 62 光導波路
- 71 チューナブル高分子導波路回折格子
- 72 酸
- 73 フィルム状チューナブル高分子導波路回折格子

【図5】

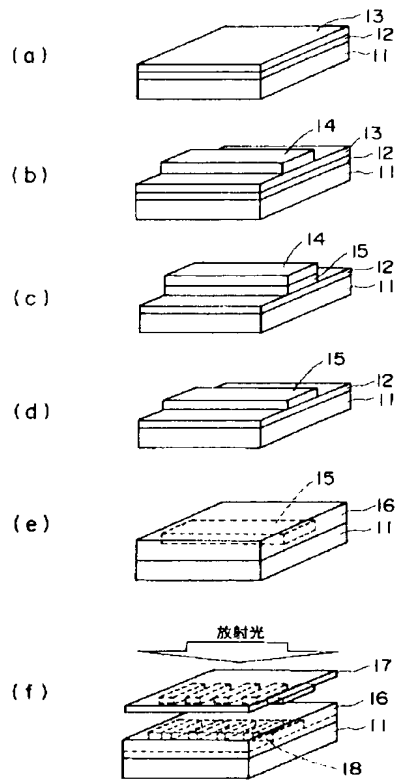


【図6】

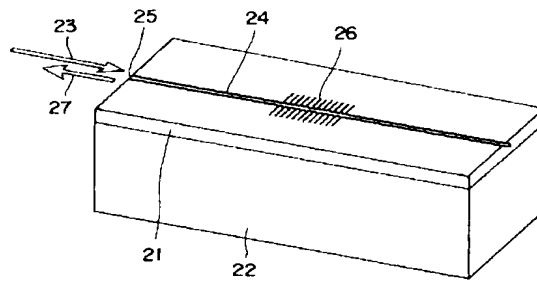




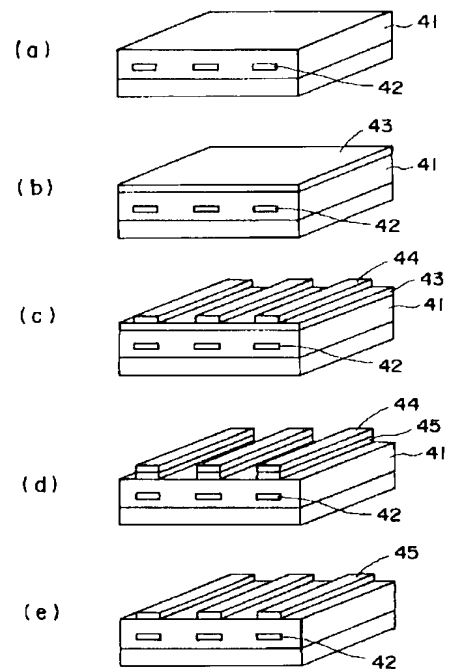
【図1】



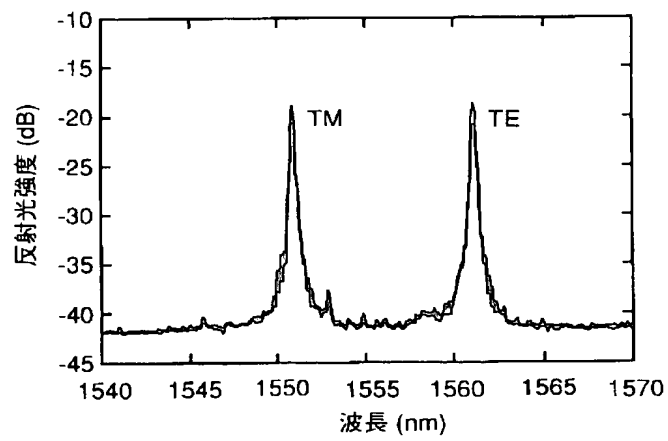
【図2】



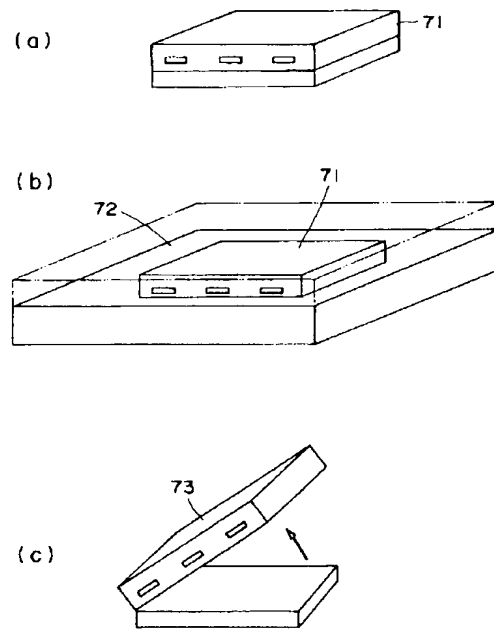
【図4】



【図3】



【図7】



---

フロントページの続き

(72)発明者 丸野 透  
東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本  
電信電話株式会社内